

中华人民共和国教育行业标准

JY/T 0580—2020
代替 JY/T 017—1996

元素分析仪分析方法通则

General rules of analytical methods for elemental analyzer



2020-09-29 发布

2020-12-01 实施

中华人民共和国教育部 发布



目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 分析方法原理	2
5 分析环境要求	2
6 试剂和材料	2
7 仪器	3
8 样品	3
9 定量分析	4
10 结果报告	5
11 安全注意事项	6
参考文献	7





前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 JY/T 017—1996《元素分析仪方法通则》，与 JY/T 017—1996 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改标准名称为《元素分析仪分析方法通则》；
- 修改了标准的适用范围(见第 1 章,1996 年版的第 1 章)；
- 增加了规范性引用文件(见第 2 章)；
- 修改“定义”(1996 年版的第 2 章)为“术语和定义”(见第 3 章)。该部分修改了“系统空白”(见 3.1)、空白分析(见 3.2)、校准因子(见 3.3)；增加了“标准物质”(见 3.4)、“校准曲线”(见 3.5)、“准确度”(见 3.6)、“正确度”(见 3.7)、“精密度(见 3.8)”；删除了“灵敏度因子”(见 1996 年版的 2.3)；
- 修改了“方法原理”(见第 4 章,1996 年版的第 3 章)；
- 增加了“分析环境要求”(见第 5 章)；
- 修改“试剂和材料”的内容(见第 6 章,1996 年版的第 4 章)；
- 修改“仪器”部分的相关内容(见第 7 章,1996 年版的第 5 章)；
- 修改了“样品”部分的相关内容(见第 8 章,1996 年版的第 6 章)；
- 修改了“分析步骤”为“定量分析”(见第 9 章,1996 年版的第 7 章)；
- 删除了“灵敏度(或校正)因子 K 值”(见 1996 年版的 7.3)；
- 增加了“校准曲线的绘制”(见 9.2.1.3)和“校准因子的测定”(见 9.2.1.4)；
- 删除了“分析结果的表述”(见 1996 年版的第 8 章)；
- 增加了“结果报告”(见第 10 章)；
- 修改了“安全注意事项”部分的相关内容(见第 11,1996 年版的第 9 章)。

本标准由中华人民共和国教育部提出。

本标准由全国教育装备标准化技术委员会化学分技术委员会(SAC/TC 125/SC 5)归口。

本标准起草单位：华南理工大学、西南科技大学、吉林大学、东华大学、苏州大学、福州大学。

本标准主要起草人：徐昕荣、刘永刚、曹军刚、杨明、吴冰、陈天文。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- JY/T 017—1996。



元素分析仪分析方法通则

1 范围

本标准规定了元素分析仪分析方法的术语和定义、方法原理、试剂和材料、仪器、样品、测试方法、结果报告和安全注意事项。

本标准适用于元素分析仪进行样品(有机物和部分无机物)中碳(C)、氢(H)、氮(N)及硫(S)或氧(O)元素分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4842—2006 氩

GB/T 4844—2011 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB/T 13966—2013 分析仪器术语

GB/T 14599—2008 纯氧、高纯氧 超纯氧

JJF 1001—2011 通用计量术语及定义

JJF 1059.1—2012 测量不确定度评定与表示

3 术语和定义

GB/T 13966—2013 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

系统空白 system blank

系统空白分成系统加氧空白和系统不加氧空白,指仪器操作规程的规定条件下,通过载气(或同时充入氧气)时测得的系统背景信号。

3.2

空白分析 blank analysis

按照样品分析方法,不加入实际样品时测得的包裹样品所用的锡囊(或银囊)信号值。

3.3

校准因子 K K-factor

样品测定条件下,标准物质元素质量分数的计算值与测量值的比值。

3.4

标准物质 standard material

具有足够的准确度,可用于校准或检定仪器、评定测量方法,或给其他物质赋值的物质。

[GB/T 13966—2013,定义 2.41]

3.5

校准曲线 calibration curve

在规定条件下,表示被测量值与仪器实测值之间的关系曲线。

[GB/T 13966—2013,定义 2.89]

3.6

准确度 accuracy

被测量的测得值与其真值的一致性程度。

[JJF 1001—2011,定义 5.8]

3.7

正确度 trueness

无穷多次重复测量所得量值的平均值与一个参考量值间的一致程度。

[JJF 1001—2011,定义 5.9]

3.8

精密度 precision

在规定条件下,对同一或类似被测对象重复测量所得示值或测得值间的一致程度。

[JJF 1001—2011,定义 5.10]

4 分析方法原理

样品中的碳、氢、氮及硫或氧(C、H、N、S/O)元素,经催化氧化(或裂解)—还原后分别转变成二氧化碳、水蒸气、氮气及二氧化硫或一氧化碳(CO₂、H₂O、N₂、SO₂/CO)。然后在载气的推动下,用吸附分离或用色谱法将混合气体分离后,再通过适当检测器分别检测并计算得出各元素含量。

5 分析环境要求

5.1 电子天平

电子天平应放置在专用的稳定的天平台上,并注意室内气流对天平的影响;温度尽可能保持稳定,防止温度的漂移对天平的稳定性造成影响;空气湿度应控制在 75% 以下。

5.2 仪器放置环境

温度与湿度应符合仪器规定要求,温度控制 20℃±5℃,湿度≤75%。工作环境应清洁无尘,无易燃易爆和无腐蚀性气体,且通风良好,避免高浓度有机溶剂蒸气或腐蚀性气体。周围无强烈机械震动和冲击,无电磁场干扰。电源符合规定,供电电源的电压及频率应稳定。

6 试剂和材料

6.1 载气(氦气或氩气)

载气通常用氦气或氩气。氦气符合 GB/T 4844—2011 中高纯氦的要求(即氦的体积分数≥99.999%);氩气符合 GB/T 4842—2006 中高纯氩的要求(即氩的体积分数≥99.999%)。

6.2 氧气

符合 GB/T 14599—2008 中纯氧的要求(即氧的体积分数≥99.995%)。

6.3 标准物质

应根据测试项目,向有关单位购置有证标准物质,表 1 列举了部分元素分析标准物质,使用者也可以用其他合适的标准物质来代替。

表 1 标准物质/参考物质

单位: $w(\times 10^{-2})$

名称	分子式	CAS No.	C	H	N	S	O
氨基硫脲	$\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$	79-19-6	13.18	5.53	46.11	35.18	—
胱氨酸	$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$	56-89-3	29.99	5.03	11.66	26.69	26.63
对氨基苯磺酰胺	$\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$	63-74-1	41.81	4.65	16.25	18.62	18.58
环己酮-2,4-二硝基苯腙	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4$	1589-62-4	51.79	5.07	20.14	—	23.00
咪唑	$\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2$	288-32-4	52.92	5.92	41.15	—	—
苯甲酸	$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$	65-85-0	68.84	4.95	—	—	26.20
阿托品	$\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3$	51-55-8	70.56	8.01	4.84	—	16.59
乙酰苯胺	$\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}$	103-84-4	71.09	6.71	10.36	—	11.84

6.4 其他试剂及材料

按样品所含元素和测试目的选取相应的测试模式,并选用适当的催化氧化剂、还原剂、石英管和包裹样品容器及其他试剂和材料。

7 仪器

7.1 仪器组成

仪器主要由氧化(或裂解)—还原系统、分离和检测系统、仪器控制与数据处理系统、微量电子天平和打印机部分组成。氧化(或裂解)—还原系统部分,C、H、N、S元素的测定主要由填装有催化氧化剂的燃烧管、填装有还原剂的还原管和加热炉组成;O元素的测定主要由填装有碳粉的裂解反应管和加热炉组成。

7.2 仪器性能

按照元素分析仪检定规程或校准规范进行检定或校准,仪器性能指标应符合相应检测要求。

7.3 检定或校准

设备在投入使用前,应采用检定或校准等方式,对检测分析结果的准确性或有效性有显著影响的设备,包括用于测量环境条件等辅助测量设备有计划地实施检定或校准,以确认其是否满足检测分析的要求。检定或校准应按有关检定规程、校准规范或校准方法进行。

8 样品

样品应是干燥或含水量确定的均匀固体或液体等。固体、液体样品的熔程、沸程必须在允许范围内。不同基质的样品,采用不同的样品称样量和制样技术,碳、氢、氮及硫元素的分析采用锡制容器包裹称量;对于氧元素的分析,推荐使用银制容器包裹称量。挥发性样品用低熔点合金容器密封称量,腐蚀性液体用低熔点玻璃毛细管密封称量,氧化时应有防爆措施。

9 定量分析

9.1 实验前准备工作

按仪器操作规程开机。按样品检测需求选择合适的操作模式,检查整机操作条件及电子天平的性能。让整机逐步达到样品测定的条件。

9.2 实施步骤

9.2.1 仪器校准

9.2.1.1 系统空白

系统空白值的大小及其稳定性反映着系统的气密性和载气(或助燃气)等工作条件是否正常。在开机后需连续做3次以上,需使各元素的空白值降到仪器操作规程要求。

9.2.1.2 空白分析

开机后样品分析前或含量差别较大的不同批次样品之间,需进行空白分析3次以上,检测值较低且稳定,数据差值达到仪器操作规程要求后方可进行样品检测。

9.2.1.3 校准曲线的绘制

校准曲线的绘制应满足被测元素含量的范围。一是采用单一标准物质,多次称取不同量的标准物质,以该标准物质的绝对质量和对应产物的信号值绘制仪器校准曲线;二是采用多种标准物质,分别称取不同量的标准物质,以标准物质的绝对质量和对应的信号值绘制仪器校准曲线。根据实际需要可采用线性拟合方式或多次拟合方程,所得校准曲线方程为:

线性拟合方程:

$$y_i = a + bA_i \dots\dots\dots(1)$$

多次拟合方程:

$$y_i = a + a_1A_i + a_2A_i^2 + a_3A_i^3 + \dots + a_nA_i^n \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- i ——碳、氢、氮、硫或氧元素;
- y_i —— i 元素的绝对质量,单位为毫克(mg);
- A_i —— i 元素对应产物的信号值; $a, b, a_1, a_2, a_3, \dots, a_n$ 为拟合系数。

9.2.1.4 校准因子的测定

元素在校准曲线上测得的质量分数 M 按式(3)计算:

$$M_i = \frac{y_i}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- M_i —— i 元素的质量分数;
- y_i —— i 元素的绝对质量,单位为毫克(mg);
- m ——样品的称取质量,单位为毫克(mg)。

当日校准因子 K 按下式(4)计算:

$$K_i = \frac{X_{i,标}}{M_{i,标}} \dots\dots\dots(4)$$

式中：

K_i —— i 元素的当日校准因子；

$X_{i,标}$ ——标准物质中 i 元素质量分数的计算值；

$M_{i,标}$ ——标准物质中 i 元素在校准曲线上的测得的质量分数。

注：当日校准因子需 $0.9 \leq K \leq 1.1$ ，当日校准因子 $K \leq 0.9$ 或 ≥ 1.1 时，需重新进行校准曲线的绘制。

9.2.2 样品分析

称取适量样品，精确至 0.001 mg，按样品测定程序连续进行两次以上平行测定，直到相邻两次结果达到分析误差的要求为止。样品测定后，应再次测定标准物质，若结果偏离仪器操作规程的规定值，样品应重新测定。

10 结果报告

10.1 基本信息

结果报告中可包括：委托单位信息、样品信息、仪器设备信息、环境条件、制样方法、检测方法（依据标准）、检测结果、检测人、校核人、批准人、检测日期等。必要和可行时可给出定量分析方法和结果的评价信息。

10.2 分析结果

采用校准曲线法或校准曲线法结合当日校正因子对所测未知试样进行定量结果计算。

样品中元素的含量以质量分数和元素比值两种方式表示。

10.2.1 质量分数

质量分数 W ：被测样品中 i 元素的质量分数按式(5)计算：

$$W_{i,样} = \frac{y_{i,样}}{m} \times K_i \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$W_{i,样}$ ——被测样品中 i 元素的质量分数；

$y_{i,样}$ ——由校准曲线得到的样品中 i 元素的绝对质量，单位为毫克(mg)；

m ——样品的称取质量，单位为毫克(mg)；

K_i —— i 元素的当日校准因子。

注：校准曲线与样品同时测定时，校准曲线为一次线性回归方程，且线性相关系数 $R^2 \geq 0.999$ ，取当日校准因子为 1，即不需要对样品测量值进行校准。校准曲线储存到仪器中作为仪器校准曲线时，则需要进行当日校准因子的计算，并采用式(5)对测定结果进行校准。

10.2.2 元素比值

元素比值：样品中元素的质量分数($\times 100$)分别除以该元素的相对原子质量，并取碳(C)元素的结果作为整数 1，从而求出样品中各种被测元素的比例。

10.3 分析方法与测量结果的评价

分析方法用方法检出限、精密度和准确度来评定，测量结果一般用测量不确定度评定。

10.3.1 方法检出限

实际工作中元素分析仪器的检出限通常采用与样品检测相同的实验条件下，空白试样连续 11 次测

定值的 3 倍标准偏差所获得的分析物浓度或质量。

10.3.2 精密度

精密度用于表示多次测定某一值时所得测定值的离散程度,用标准偏差 SD 或相对标准偏差 RSD 表示。精密度与浓度有关,报告精密度时应指明获得该精密度的被测元素的浓度。

计算方法如下:

$$SD = \sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2 / (n - 1)} \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

X_i ——第 i 次测量值;

SD ——标准偏差;

\bar{X} —— n 次测量值的平均值;

RSD ——相对标准偏差。

10.3.3 准确度(正确度和精密度)

用“正确度”和“精密度”两个术语来描述一种测量方法的准确度。精密度反映了偶然误差的分布,而与真值或规定值无关;正确度反映了与真值的系统误差,用绝对误差或相对误差表示。在实际工作中,可用标准物质或标准方法进行对照试验,计算误差。

10.3.4 不确定度评定

按 JJF 1059.1—2012 中的评定方法和原则进行分析结果测量不确定度的必要评定与表示。

11 安全注意事项

11.1 依照化学品安全技术说明书(MSDS)中的相关规定操作所有的化学试剂。

11.2 应按高压钢瓶安全操作规定使用高压气体钢瓶。

11.3 仪器出口气体应排放至室外或通风处。

11.4 注意安全用电。

参 考 文 献

- [1] GB/T 19143—2003 岩石有机质中碳、氢、氧元素分析方法
 - [2] SN/T 3005—2011 有机化学品中碳、氢、氮、硫含量的元素分析仪测定方法
 - [3] JJF 1321—2011 元素分析仪校准规范
 - [4] 王约伯,高敏.有机元素微量定量分析,化学工业出版社,北京,2013
-

